

# HEAT-SHRINKABLE POLYESTER FILM ROLL AND ITS PRODUCTION METHOD

**Publication number:** JP2003170497 (A)

**Publication date:** 2003-06-17

**Inventor(s):** HAYAKAWA SATOSHI; TAHODA TADASHI; TAKEGAWA YOSHIKI; ITO KATSUYA; YONEDA SHIGERU; NOSE KATSUHIKO +

**Applicant(s):** TOYO BOSEKI +

**Classification:**

- **International:** B29C61/06; B29C55/02; C08J5/18; B29K67/00; B29K105/02; B29L7/00; B29C61/06; B29C55/02; C08J5/18; (IPC1-7): B29C61/06; B29C55/02; B29K67/00; B29K105/02; B29L7/00

- **European:**

**Application number:** JP20020226496 20020802

**Priority number(s):** JP20020226496 20020802; JP20010236408 20010803; JP20010297543 20010927; JP20010303044 20010928; JP20010300423 20010928; JP20010297544 20010927

**Also published as:**

 JP3678222 (B2)

## Abstract of JP 2003170497 (A)

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a heat-shrinkable polyester film roll which can produce a heat-shrinkable label with dispersion in performance of each product reduced, etc., by controlling the variation in transparency in the film roll. ; **SOLUTION:** The heat-shrinkable polyester film containing a 1,4-cyclohexane dimethanol component is wound to form the film roll. In the film roll, haze is measured for specimens at least 20% in heat-shrinkage ratio under specified conditions which are taken under specified conditions. When the average of the haze of each specimen is calculated, the haze of each specimen is 15% or below and falls within a range of the average  $\pm 0.5\%$ . The film roll is produced by controlling conditions during preliminary heating before stretching. ; **COPYRIGHT:** (C)2003,JPO

Data supplied from the *espacenet* database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-170497

(P2003-170497A)

(43) 公開日 平成15年6月17日 (2003.6.17)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード* (参考)
B 2 9 C 61/06		B 2 9 C 61/06	4 F 2 1 0
55/02		55/02	
// B 2 9 K 67:00		B 2 9 K 67:00	
105:02		105:02	
B 2 9 L 7:00		B 2 9 L 7:00	
審査請求 有 請求項の数 4 O L (全 22 頁)			

(21) 出願番号 特願2002-226496(P2002-226496)

(22) 出願日 平成14年8月2日(2002.8.2)

(31) 優先権主張番号 特願2001-236408(P2001-236408)

(32) 優先日 平成13年8月3日(2001.8.3)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願2001-297543(P2001-297543)

(32) 優先日 平成13年9月27日(2001.9.27)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(31) 優先権主張番号 特願2001-303044(P2001-303044)

(32) 優先日 平成13年9月28日(2001.9.28)

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000003160  
東洋紡績株式会社  
大阪府大阪市北区堂島浜2丁目2番8号

(72) 発明者 早川 聡  
愛知県犬山市大字木津字前畑344番地 東  
洋紡績株式会社犬山工場内

(72) 発明者 多保田 規  
愛知県犬山市大字木津字前畑344番地 東  
洋紡績株式会社犬山工場内

(74) 代理人 100067828  
弁理士 小谷 悦司 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱収縮性ポリエステル系フィルムロールおよびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 フィルムロール内での透明性の変動を抑制して、製品ごとの性能のばらつきを低減した熱収縮性ラベルなどを製造できる熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを提供する。

【解決手段】 1, 4-シクロヘキサジメタノール成分を含有する熱収縮性ポリエステル系フィルムを巻取ってなるフィルムロールであって、特定条件下での熱収縮率が20%以上であり、特定条件下で採取された複数の試料についてヘーズを測定し、各試料のヘーズの平均値を算出したとき、各試料のヘーズが、15%以下であると共に、前記平均値±0.5%以内の範囲に収まっている熱収縮性ポリエステル系フィルムロールである。上記フィルムロールは、延伸前の予備加熱時の条件を制御することで製造される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熱収縮性ポリエステル系フィルムを巻き取ってなるフィルムロールであって、この熱収縮性ポリエステル系フィルムは、(1) フィルムの長さ方向にフィルム物性が安定している定常領域におけるフィルムの巻き始め側の端部を第 1 端部、巻き終わり側の端部を第 2 端部とし、前記第 2 端部の内側 2 m 以内の箇所に 1 番目の試料切り出し部を、また、前記第 1 端部の内側 2 m 以内の箇所に最終の試料切り出し部を設けると共に、1 番目の試料切り出し部から約 100 m 毎に試料切り出し部を設け、夫々の試料切り出し部から 10 cm × 10 cm の正形状に切り出した試料を、85℃の温水中に 10 秒浸漬して引き上げ、次いで 25℃の水中に 10 秒浸漬して引き上げたときの最大収縮方向の熱収縮率が、全ての試料について 20% 以上であり、(2) 上記各試料切り出し部から別途切り出した試料についてヘーズを測定したとき、全試料のヘーズが 15% 以下であると共に、これらの平均値を算出したとき、全試料のヘーズが、この平均値の±0.5% 以内の範囲に収まっているものであることを特徴とする熱収縮性ポリエステル系フィルムロール。

【請求項 2】 上記熱収縮性ポリエステル系フィルムが、2 種以上の組成の異なるポリマーの混合物から形成されているものである請求項 1 に記載の熱収縮性ポリエステル系フィルムロール。

【請求項 3】 上記熱収縮性ポリエステル系フィルムが、幅 0.2 m 以上、長さ 300 m 以上である請求項 1 または 2 に記載の熱収縮性ポリエステル系フィルムロール。

【請求項 4】 原料ポリマーを溶融押出後冷却して得られるフィルムを一旦巻き取った後に、あるいは該冷却後引き続いて、延伸することによって請求項 1～3 のいずれかに記載の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを製造する方法であって、延伸に先立って熱収縮性ポリエステル系フィルムを、下記 (I) および (II) の条件で、フィルム上面および下面に熱風を当てて予備加熱することを特徴とする熱収縮性ポリエステル系フィルムロールの製造方法。ここで、

(I) 熱風の吹き出し速度 12 m/秒以上

(II) 熱風の温度を  $T_1$  (℃)、予備加熱前のフィルムの表面温度を  $T_2$  (℃) とするとき、 $40 \leq T_1 - T_2 \leq 90$  である。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は熱収縮性ポリエステル系フィルムを巻き取ってなるフィルムロールとその製造方法に関し、さらに詳しくはラベル用途に好適な熱収縮性ポリエステル系フィルムを巻き取ってなるフィルムロールとその製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、熱収縮性ポリエステル系フィルムは加熱により収縮する性質を利用して、収縮包装、収縮ラベルなどの用途、例えば、ポリエチレンテレフタレート (PET) 容器、ポリエチレン容器、ガラス容器などの各種容器において、ラベルやキャップシールあるいは集積包装の目的で使用されている。

【0003】 これらの熱収縮性フィルムは、製造後、一旦ロール状に巻き取られ、このフィルムロールの形態で、各種図柄の印刷工程へ送られる。そして、印刷終了後は、必要に応じて、最終製品に用いられるラベルなどのサイズに合わせてスリット加工され、さらに溶剤接着などの手段によりフィルムの左右端部を重ね合わせてシールしてチューブ状体にされる。このチューブ状体が裁断されて、ラベル、袋などの形態に加工される。そして、ラベルや袋状のものを容器に装着し、スチームを吹きつけて熱収縮させるタイプの収縮トンネル (スチームトンネル) や、熱風を吹きつけて熱収縮させるタイプの収縮トンネル (熱風トンネル) の内部を、ベルトコンベアーなどにのせて通過させ、熱収縮させて容器に密着させている。

【0004】 ところで、熱収縮性ポリエステル系フィルムを、例えば、容器の被覆ラベルに使用する場合、ラベルの内面側表面、すなわち、容器との接触面側に印刷を施すのが通常である。しかし透明性の低いフィルムから得られるラベルでは、こうした内面側表面の印刷物が、ラベル外面側 (上記内面側の反対面側) から認識し難いといった問題がある。また、フィルムの透明性が低く、曇ったものでは、印刷物自体の鮮明性も劣ったものとなり、商品価値を損なうものとなる。さらに、熱収縮性ポリエステル系フィルムを、内容物の量などが外面側から視認できる透明容器などのラベルに使用する場合も、ラベル自体の透明性が低いと、該ラベルによって、容器の内容物が見え難くなるといった問題も生じる。

【0005】 また、通常は、1 本のフィルムロールから、同一の最終製品用ラベル、袋などを加工するので、1 本のフィルムロールに巻かれたフィルムの透明性の変動が大きい場合、個々のラベルや袋など毎において、印刷物の鮮明性が異なることとなるといった問題もあった。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、フィルムロール内での透明性の変動を抑制して、製品ごとの性能のばらつきを低減した熱収縮性ラベルなどを製造できる熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを提供することにある。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロール (以下、単に「フィルムロー

10

20

30

40

50

ル」という場合がある)は、熱収縮性ポリエステル系フィルムを巻き取ってなるフィルムロールであって、この熱収縮性ポリエステル系フィルムは、(1)フィルムの長さ方向にフィルム物性が安定している定常領域におけるフィルムの巻き始め側の端部を第1端部、巻き終わり側の端部を第2端部とし、前記第2端部の内側2m以内の箇所に1番目の試料切り出し部を、また、前記第1端部の内側2m以内の箇所に最終の試料切り出し部を設けると共に、1番目の試料切り出し部から約100m毎に試料切り出し部を設け、夫々の試料切り出し部から10

cm×10cmの正形状に切り出した試料を、85℃の温水中に10秒浸漬して引き上げ、次いで25℃の水中に10秒浸漬して引き上げたときの最大収縮方向の熱収縮率が、全ての試料について20%以上であり、

(2)上記各試料切り出し部から別途切り出した試料についてヘーズを測定したとき、全試料のヘーズが15%以下であると共に、これらの平均値を算出したとき、全試料のヘーズが、この平均値の±0.5%以内の範囲に収まっているものであるところに要旨が存在する。

【0008】上記のフィルムロールは、フィルムの定常領域全長に亘ってヘーズの変動、すなわち、透明性の変動が少ないため、このフィルムロールから製造されるラベルや袋なども、個々の透明性の変動が少なくなる。よって、このフィルムロールから製造されるラベルなどを収縮被覆させた容器などの製品において、不良品の発生を低減することができる。

【0009】本発明に係る熱収縮性ポリエステル系フィルムは、2種以上の組成の異なるポリマーの混合物から形成されているものであることが好ましい。このような場合には、フィルムの長さ方向において、透明性の変動が起り易く、本発明を適用する意義があるからである。

【0010】さらに、上記熱収縮性ポリエステル系フィルムが、幅0.2m以上、長さ300m以上である場合も、本発明を適用しないとフィルムの透明性の変動が起り易く、本発明を適用する意義がある。また、上記幅および長さを有するフィルムは、上述の印刷から最終製品までの加工工程における加工適性およびハンドリング性において優れているため、本発明の好ましい実施態様である。

【0011】上記の、フィルムのヘーズの変動を抑制した本発明のフィルムロールを製造するための好ましい方法は、原料ポリマーを溶融押出後冷却して得られるフィルムを一旦巻き取った後に、あるいは該冷却後引き続いて、延伸することによって上記の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを製造するに際し、延伸に先立って熱収縮性ポリエステル系フィルムを、下記(I)および(II)の条件で、フィルム上面および下面に熱風を当てて予備加熱するところに要旨が存在する。ここで、(I)熱風の吹き出し速度12m/秒以上、(II)熱風の温度

をT1(℃)、予備加熱前のフィルムの表面温度をT2(℃)とすると、 $40 \leq T1 - T2 \leq 90$ である。

#### 【0012】

【発明の実施の形態】本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、公知の多価カルボン酸成分と、多価アルコール成分から形成されるエステルユニットを主たる構成ユニットとする単一の共重合ポリエステル、あるいは2以上のポリエステルの混合物を用いて得られる熱収縮性ポリエステル系フィルム(以下、単に「フィルム」という場合がある)を巻き取ってなるフィルムロールである。以下、本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールについて詳細に説明する。

【0013】〔熱収縮率〕本発明に係るフィルムは、フィルムの長さ方向にフィルム物性が安定している定常領域におけるフィルムの巻き始め側の端部を第1端部、巻き終わり側の端部を第2端部とし、前記第2端部の内側2m以内の箇所に1番目の試料切り出し部を、また、前記第1端部の内側2m以内の箇所に最終の試料切り出し部を設けると共に、1番目の試料切り出し部から約100m毎に試料切り出し部を設け、夫々の試料切り出し部から10cm×10cmの正形状に切り出した試料を85℃の温水中に10秒浸漬して引き上げ、次いで25℃の水中に10秒浸漬して引き上げたときの最大収縮方向の熱収縮率が、20%以上である。

【0014】本発明に係るフィルムにおいて、各試料切り出し部は、フィルムの長さ方向にフィルム物性が安定している定常領域に設けることとする。熱収縮性フィルムは、後述するように溶融した樹脂を押出して製膜し、その後延伸することによって製造されるが、これら製膜工程や延伸工程での操業が安定するまでは、フィルムの物性は大きく変動する。また、製膜工程や延伸工程での操業が安定した後でも、製膜条件や延伸条件を変更するとフィルム物性は変動する。本発明では、上記製膜工程や延伸工程での操業が不安定な時に得られるフィルムの透明性の均一化を図ることを技術思想とするものではなく、これらの工程での操業が安定し、製造が定常状態に入ったときに得られる物性の安定したフィルムにおいて、従来よりも高度に透明性の均一化を図るものである。

【0015】なお、フィルム物性が安定した定常領域(製造が定常状態に入ったときに得られるフィルム部分)の数は、通常、一本のフィルムロール中、一箇所(フィルムロールに巻き取られたフィルム全長に亘って一箇所の場合を含む)だけである。しかし、製造状況によっては複数箇所に存在することもあり得るので、この場合、試料切り出し部は、定常領域でのみ設ければよい。また、上記定常領域は、例えば、後述の測定方法で得られる熱収縮率によって評価できる。すなわち、熱収縮率は20%程度以内の幅(すなわち、複数のサンプルの熱収縮率の最大値と最小値の差が20%程度以下)で

安定しているところを定常領域と見ればよい。

【0016】上記の各試料の採取方法をより詳細に説明する。例えば、長さ498mの熱収縮性フィルムがロールに巻回されており、該フィルム中、巻き終わりから5mの箇所が定常領域の始端（すなわち、第2端部）、巻き始めから5mの箇所が定常領域の終端（すなわち、第1端部）である場合、第2端部から2m以内までの間で、最初の試料（i）を切り取る。続いて、切り取った部分から100m離れたところで、2番目の試料（ii）を切り取る。同様にして、200m目で3番目の試料（iii）を、300m目で4番目の試料（iv）を、400m目で5番目の試料（v）を切り取る。ここで、残りは100mよりも短くなるため、6番目（最終）の試料（vi）は、定常領域の第1端部から2m以内のいずれかの部分を切り取る。

【0017】上記の各試料切り出し部から得られた10cm×10cmの試料について、最大収縮方向の熱収縮率を測定する。ここで、最大収縮方向の熱収縮率とは、試料の最も多く収縮した方向での熱収縮率の意味であり、最大収縮方向は、正方形の縦方向または横方向の長さで決められる。また、熱収縮率（％）は、10cm×10cmの試料を、85℃±0.5℃の温水中に、無荷重状態で10秒間浸漬して熱収縮させた後、直ちに25℃±0.5℃の水の中に無荷重状態で10秒間浸漬した後の、フィルムの縦および横方向の長さを測定し、下記式に従って求めた値である（以下、この条件で測定した最大収縮方向の熱収縮率を、単に「熱収縮率」と省略する）。

熱収縮率＝100×（収縮前の長さ－収縮後の長さ）÷（収縮前の長さ）。

【0018】フィルムの熱収縮率が20％未満であると、フィルムの熱収縮力が不足して、容器などに被覆収縮させたときに、容器に密着せず、外観不良が発生するため好ましくない。より好ましい熱収縮率は40％以上、さらに好ましくは60％以上である。また、フィルムの熱収縮率は70％以下であることが好ましい。

【0019】〔透明性〕さらに、本発明に係るフィルムは、JIS K 7136の規定に従い、上記の各試料切り出し部から別途切り出された試料についてヘーズを測定し、全試料のヘーズの平均値を算出したとき、各試料のヘーズが、15％以下であると共に、前記平均値の±0.5％以内の範囲に収まっているものでなければならない。

【0020】「各試料のヘーズが、全試料のヘーズの平均値の±0.5％以内の範囲に収まっている」の意味は、次の通りである。上記各試料切り出し部から切り取られた各試料について、JIS K 7136に規定の方法でヘーズ（％）を測定し、全試料のヘーズの平均値（％）を算出する。ヘーズの平均値がX（％）で、試料（i）（上記試料切り出し部の番号を意味する。以下同

じ。）の含有率がY1（％）であるとする、 $|X - Y_1|$ （ $X - Y_1$ の絶対値）が0.5（％）よりも小さく、試料（ii）～（vi）についてのヘーズY2～Y6（％）においても同様に、 $|X - Y_n|$ がいずれも0.5（％）よりも小さいことが、ヘーズの平均値±0.5％以内の範囲にあるという意味である。換言すれば、Y<sub>n</sub>の最大値Y<sub>max</sub>とXとの差と、最小値Y<sub>min</sub>とXとの差のいずれもが±0.5％以内であれば、本発明の要件を満足する。

10 【0021】本発明に係るフィルムでは、上記各切り出し部から切り出された各試料のヘーズが、15％以下、好ましくは14％以下、さらに好ましくは13％以下でなければならない。ヘーズが15％を超えるフィルムでは、例えば、上述したように内面側に印刷を施したラベルとした場合、印刷物の鮮明性が低下し、さらにこのラベルを容器などに被覆収縮させた場合、外面側からの印刷物の視認性が低下する。また、上記ラベルを透明容器に被覆させた場合、外面側からの容器の内容物の視認性が低下する。

20 【0022】さらに、上記各切り出し部から切り出された各試料のヘーズが、全試料のヘーズの平均値±0.5％以内の範囲、好ましくは±0.3％以内の範囲、さらに好ましくは±0.2％以内の範囲に収まっていない各試料のヘーズが上記範囲に納まっていないフィルムロールから製造したラベルや袋では、個々の透明性が変動しており、製品（ラベルなど）単位での印刷物の鮮明性が異なるものとなる。

30 【0023】次に本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールに巻回されたフィルムの好適な物性について説明する。

【0024】〔熱収縮率の変動〕本発明のフィルムロールに巻回されたフィルムでは、上述の最大収縮方向の熱収縮率の平均値を算出したとき、全ての試料の熱収縮率が、この平均値の±5％以内の範囲に収まっていることが好ましい。

【0025】本発明で採用される長尺フィルムでは、上記の通り、最大収縮方向の熱収縮率が20％以上であるが、サンプリングした全ての試料の熱収縮率が、その平均値の±5％以内の範囲に収まっている場合には、熱収縮率がフィルムの定常領域の全長に亘って均一といえる。よって、このようなフィルムから得られるラベルや袋などでは、個々の熱収縮率の変動が小さくなるため、容器などに被覆収縮させる工程での不良率が低減し、不良製品の発生を激減させることができる。熱収縮率の変動度合いは、熱収縮率の平均値の±3％以内であることがより好ましく、±2％以内がさらに好ましい。

50 【0026】〔最大熱収縮応力値〕本発明のフィルムロールに巻回されたフィルムでは、熱収縮率について上述した各試料切り出し部から別途切り出した各試料について測定される最大熱収縮応力値の平均値を算出したと

き、該平均値が 4.0 MPa 以上であり、且つ各試料の最大熱収縮応力値が該平均値±1.0 MPa 以内の範囲に収まっていることが好ましい。

【0027】上記最大熱収縮応力値の測定方法は、以下の通りである。

(1) 熱収縮性フィルムから、最大収縮方向を長さ方向とし、長さ 200 mm、幅 20 mm の試験片を切り出す。

(2) 熱風式加熱炉を備えた引張試験機（例えば、東洋精機製「テンシロン」）の加熱炉内を、90℃に昇温する。

(3) 送風を止め、加熱炉内に上記試験片を、チャック間距離 100 mm（一定）でセットする。

(4) 加熱炉の扉を静かに閉め、送風（90℃、吹き出し速度 5 m/秒の熱風を、奥、左および右の三方向から供給）を再開し、熱収縮応力を検出・測定する。

(5) 測定チャートから最大値を読み取り、これを最大熱収縮応力値（MPa）とする。

【0028】フィルムロール内での最大熱収縮応力値の変動が平均値±0.5 MPa を超えて±1.0 MPa 以内の範囲の場合、被覆収縮させる工程（上述の熱収縮工程）での調整により、収縮後の製品不良率をさらに低減させることができる。さらに最大熱収縮応力値の変動が平均値±0.5 MPa 未満の場合には、工程調整も不要となる。上記最大熱収縮応力値の変動は、平均値±0.4 MPa 以内の範囲であることがより好ましい。

【0029】また、上記最大熱収縮応力値の平均値が 4.0 MPa を下回るフィルムでは、収縮応力の不足により容器などに被覆収縮させたフィルムが緩んだり、フィルムの機械的強度不足により耐破れ性に劣るといった問題が生じる傾向にある。より好ましくは 4.5 MPa 以上、さらに好ましくは 5.0 MPa 以上である。

【0030】次に、本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールに巻回されたフィルムの組成について説明する。

【0031】〔フィルム組成〕本発明のフィルムロールに巻回されたフィルムは、原料ポリマーが主たる構成ユニットとは別の副次的構成ユニットを 1 種以上含むものであり、熱収縮率について上述した各試料切り出し部から別途切り出した試料について、前記副次的構成ユニットのうち最も多量に含まれる副次的構成ユニットの含有率を測定したとき、全ての試料の最多副次的構成ユニットの含有率が全構成ユニット 100 モル%中 5 モル%以上であると共に、これらの平均値を算出したとき、全ての試料の最多副次的構成ユニットの含有率が、この平均値の±2 モル%の範囲に収まっていることが好ましい。

【0032】なお、「構成ユニット」とは、原料として用いられた多価カルボン酸成分と多価アルコール成分とが 1 モルずつ縮合反応して形成された繰り返し単位を、「主たる構成ユニット」とは、全構成ユニット 100 モ

ル%中 50 モル%以上のユニットを、「副次的構成ユニット」とは、「主たる構成ユニット」とは異なるすべてのユニットを、「最多副次的構成ユニット」とは、「副次的構成ユニット」のうち、最も多量に含まれるユニットを、夫々指すものとする。

【0033】最多副次的構成ユニットは、副次的構成ユニットの中でも特性改善のために最も好ましいユニットであるので、副次的構成ユニット中の最多副次的構成ユニットについては、全構成ユニット 100 モル%中 5 モル%以上含まれることが好ましい。従って、上記最多副次的構成ユニットの含有率（モル%）は、上記サンプリング方法で切り出された全ての試料について、5 モル%以上であることが望ましい。5 モル%よりも少ないと、最多副次的構成ユニット導入による上記の効果を十分に発揮できない場合があるため好ましくない。より好ましい下限は 8 モル%、さらに好ましい下限は 10 モル%である。

【0034】最多副次的構成ユニット以外に、他の副次的構成ユニットが含まれていてもよい。この場合は、その下限は特に限定されないが、特性改善効果の発揮のためには、他の副次的構成ユニットは全構成ユニット 100 モル%中 5 モル%以上含まれるようにすることが好ましい。副次的構成ユニット量が多過ぎると、フィルムの耐破れ性、強度、耐熱性などの特性を担っている主たる構成ユニットが相対的に少なくなって、これらの特性が低下していくため、最多副次的構成ユニットも含めた全部の副次的構成ユニットの合計量の上限は 50 モル%とすることが好ましく、40 モル%がより好ましく、さらに好ましい上限は 30 モル%である。なお、最多副次的構成ユニット以外に、他の副次的構成ユニットが含まれる場合には、最多副次的構成ユニットの含有率は、他の副次的構成ユニットの含有率よりも大きくなる。

【0035】主たる構成ユニットとしては、エチレングリコールとテレフタル酸からなるエチレンテレフタレートユニットが好ましい。フィルムの耐破れ性、強度、耐熱性などに優れているからである。最多副次的構成ユニットとしては、1,4-シクロヘキサジメタノールとテレフタル酸からなるユニットか、またはネオペンチルグリコールとテレフタル酸からなるユニット、あるいは 1,4-ブタンジオールとテレフタル酸からなるユニットのいずれかが、熱収縮力が確保でき、低温での収縮性を発現させることもできるため好ましい。また、その他の副次的構成ユニットとしては、最多副次的構成ユニットとして例示した上記ユニットのうちの最多副次的構成ユニット以外のユニットを選択することが好ましい。なお、ポリエステルの構成ユニットのより詳細な具体例は、後述する。

【0036】さらに、上記最多副次的構成ユニットの含有率（モル%）の変動量は、小さいことが好ましい。本発明では、定常領域の全長に亘って均一なフィルム物性

10

20

30

40

50

を示すフィルムが巻回されたロールを提供することを目的としている。特性改善のための最多副次的構成ユニットの量が、長尺フィルムの中で変動すると、ヘーズの変動につながり、このようなフィルムから得られるラベルや袋などでは、個々の透明性が変動し、印刷物の鮮明性などにばらつきが生じてしまう。このため、上記サンプリング方法で切り出された複数の試料について、試料中に含まれる最多副次的構成ユニットの量を測定して、その平均値を算出したときに、最多副次的構成ユニットの含有率（モル％）が、この平均値±2モル％の範囲に収まっていることが推奨される。

【0037】この最多副次的構成ユニットの含有率は、例えば、核磁気共鳴分析法（NMR）などによって測定することができる。最多副次的構成ユニットの含有率の測定のためのNMR測定の場合は、1回の測定に試料が約30mgもあれば充分である。NMRの測定は、例えば、下記方法で行う。

①クロロホルムD（ユーリソップ社製）とトリフルオロ酢酸D1（ユーリソップ社製）を10：1（体積比）で混合した溶媒に試料フィルム（約30mg程度）を溶解し、試料溶液を調製する。

②NMR（「GEMINI-200」；Varian社製）を用い、温度23℃、積算回数64回の測定条件で試料溶液のプロトンのNMRを測定する。

③プロトンのピーク強度から、組成を決定する。

【0038】このようにしてフィルムの各試料切り出し部から得た試料について最多副次的構成ユニットの含有率を測定し、全ての試料の平均値を算出する。

【0039】また、長尺フィルムの定常領域全長に亘って均一なフィルム物性を示すためには、最多副次的構成ユニット以外の副次的構成ユニット量もばらつかないことが好ましい。具体的には、本発明に係るフィルムについて、原料ポリマーが主たる構成ユニットとは別の副次的構成ユニットを2種以上含むものであり、熱収縮率について上述した各試料切り出し部から別途切り出した試料について、前記副次的構成ユニットのうち2番目に多量に含まれる副次的構成ユニットの含有率を測定したとき、全ての試料の第2副次的構成ユニットの含有率が全構成ユニット100モル％中5モル％以上であると共に、これらの平均値を算出したとき、全ての試料の第2副次的構成ユニットの含有率が、この平均値の±2モル％の範囲に収まっていることが好ましい。

【0040】第2副次的構成ユニットは、その導入効果を発揮させるためには、5モル％以上とすることが望ましい。含有率の上限は特に限定されないが、最多副次的構成ユニットを含む全ての副次的構成ユニットの含有率の合計量が50モル％を超えないように調整することが好ましい。上述したように、主たる構成ユニットの量が少なくなると、フィルムの強度などが低下するからである。

【0041】第2副次的構成ユニットの含有率の測定方法は、最多副次的構成ユニットの場合と同様に行えばよい。なお、第2副次的構成ユニットの含有率は、好ましくは平均値±2モル％以内、より好ましくは平均値±1モル％以内である。

【0042】最多副次的構成ユニットや第2副次的構成ユニットを構成する多価アルコール成分としては、上記の通り、1，4-シクロヘキサジメタノール成分や、ネオペンチルグリコール成分、1，4-ブタンジオール成分などが好ましい。

【0043】本発明に係るフィルムでは、上述の通り、耐破れ性、強度、耐熱性などを発揮させるために、結晶性のエチレンテレフタレートユニットを主たる構成成分とすることが望ましい。これに対し、1，4-シクロヘキサジメタノール成分やネオペンチルグリコール成分、1，4-ブタンジオール成分を含むユニットは、フィルムの結晶性を下げて非晶化度合いを高め、より高い熱収縮性を発現するものである。

【0044】従来の熱収縮性ポリエステル系フィルムにおいては、熱収縮工程でフィルムが加熱されてある温度まで到達した場合、フィルムを構成するポリエステルの組成によっては熱収縮率が飽和してしまい、それ以上高温に加熱しても、それ以上の収縮が得られないことがある。このようなフィルムは、比較的低温で熱収縮することができる利点があるが、前記熱風トンネルで熱収縮させた場合や、熱収縮前に30℃以上の雰囲気下で長期間保管した後で熱収縮させた場合に、収縮白化現象が起り易い。この収縮白化現象は、ポリエステルの分子鎖が部分的に結晶化して、結晶部分の光の屈折率が非晶部分と異なるため、起こるのではないかと考えられる。

【0045】上記の収縮白化が生じると、熱収縮前にヘーズおよびその変動が上記所定範囲を満足するフィルムであっても、内面側に印刷を施したラベルとして、容器などに被覆収縮させた場合、収縮白化した部分では、外面側からの印刷文字などの視認性が低下してしまう。

【0046】しかし、フィルムの結晶性を低下させ、非晶化度合いを高め得る1，4-シクロヘキサジメタノール成分やネオペンチルグリコール成分、1，4-ブタンジオール成分を含むユニットを導入することで、上記の収縮白化を抑制することができる。また、1，4-ブタンジオール成分は、フィルムのガラス転移温度（T<sub>g</sub>）を低下させる作用も有するため、これを導入することで、該フィルムの比較的低温域における収縮仕上り性を向上させることもできる。

【0047】こうした収縮白化を抑制する点では、フィルムの多価アルコール成分中、1，4-シクロヘキサジメタノール成分、ネオペンチルグリコール成分、1，4-ブタンジオール成分の少なくとも1種を、5モル％以上とすることが推奨される。

【0048】また、本発明に係る熱収縮性ポリエステル



系フィルムから、例えばラベルを製造する場合では、上述したようにチューブ化加工を行うが、この際には、溶剤を用いて接着することが好ましい。接着用の溶剤としては、ベンゼン、トルエン、キシレン、トリメチルベンゼンなどの芳香族炭化水素；塩化メチレン、クロロホルムなどのハロゲン化炭化水素；フェノールなどのフェノール類；テトラヒドロフランなどのフラン類；1, 3-ジオキソランなどのオキソラン類；などの有機溶剤が用いられる。中でも、安全性が高い点で、1, 3-ジオキソランが望ましい。

【0049】よって、本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムは、上記例示のような有機溶剤による接着性、特に1, 3-ジオキソランによる接着性を有することが好ましい。しかし、フィルムの結晶性が高いと、溶剤接着は困難となる。よって、上記例示の有機溶剤、特に1, 3-ジオキソランで接着可能とするためには、フィルムの非晶化度合いをある程度高めることが推奨される。具体的には、多価アルコール成分100モル%中、1, 4-シクロヘキサジメタノール成分、ネオペンチルグリコール成分、1, 4-ブタンジオール成分の少なくとも1種が、7モル%以上、好ましくは10モル%以上であることが推奨される。

【0050】しかしながら、上述の多価アルコール成分が多過ぎると、フィルムの収縮性が必要以上に高くなり過ぎて、熱収縮工程でラベルの位置ずれや図柄の歪みが発生する恐れがある。また、フィルムの耐溶剤性が低下し過ぎて、印刷工程でインキの溶媒（酢酸エチルなど）によってフィルムの白化が起きたり、フィルムの耐破れ性が低下するため好ましくない。よって、1, 4-シクロヘキサジメタノール成分、ネオペンチルグリ

コール成分、1, 4-ブタンジオール成分は、合計量で50モル%以下が好ましく、45モル%以下がより好ましい。

【0051】また、本発明に係るフィルムでは、上述の通り、構成ユニット100モル%中、エチレンテレフタレートユニットが50モル%以上となるように選択することが好ましい。従って、多価カルボン酸成分100モル%中、テレフタル酸成分（テレフタル酸またはそのエステルから形成される成分）を50モル%以上、多価アルコール成分100モル%中、エチレングリコール成分を50モル%以上、とすることが好ましい。エチレンテレフタレートユニットは、55モル%以上がより好ましく、60モル%以上がさらに好ましい。

【0052】多価アルコール成分を形成する多価アルコール類としては、上記のエチレングリコール、1, 4-シクロヘキサジメタノール、ネオペンチルグリコール、および1, 4-ブタンジオールの他に、1, 3-プロパンジオール、トリエチレングリコール、1, 6-ヘキサジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、2-メチル-1, 5-ペンタンジオール、2, 2-

ジエチル-1, 3-プロパンジオール、1, 9-ノナンジオール、1, 10-デカンジオールなどのアルキレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ペンタエリスリトール、ジエチレングリコール、ダイマージオール、ポリオキシテトラメチレングリコール、ポリエチレングリコール、ビスフェノール化合物またはその誘導体のアルキレンオキサイド付加物、なども併用できる。

【0053】多価カルボン酸成分を形成する多価カルボン酸類としては、上記のテレフタル酸およびそのエステルの他に、芳香族ジカルボン酸、それらのエステル形成誘導体、脂肪族ジカルボン酸などが利用可能である。芳香族ジカルボン酸としては、例えばイソフタル酸、ナフタレン-1, 4-もしくは-2, 6-ジカルボン酸、5-ナトリウムスルホイソフタル酸などが挙げられる。またこれらの芳香族ジカルボン酸やテレフタル酸のエステル誘導体としてはジアルキルエステル、ジアリールエステルなどの誘導体が挙げられる。脂肪族ジカルボン酸としては、グルタル酸、アジピン酸、セバシン酸、アゼライン酸、シュウ酸、コハク酸などや、通常ダイマー酸と称される脂肪族ジカルボン酸が挙げられる。さらに、p-オキシ安息香酸などのオキシカルボン酸、無水トリメリット酸、無水ピロメリット酸などの多価カルボン酸を、必要に応じて併用してもよい。

【0054】この他、多価アルコール類、多価カルボン酸類ではないが、ε-カプロラクトンに代表されるラクトン類も一部使用してもよい。ラクトン類は、開環して両端にエステル結合を有するユニットとなるものであり、1つのラクトン類由来のユニットが、カルボン酸成分であり、かつ、アルコール成分であると考えることができる。よって、ラクトン類を用いる場合、1, 4-シクロヘキサジメタノール成分量や、他の多価アルコール成分の量は、フィルム中の全多価アルコール成分量に、ラクトン類由来のユニット量を加えた量を100モル%として計算する。また、各多価カルボン酸成分の量を計算する際も、フィルム中の全多価カルボン酸成分量に、ラクトン類由来のユニット量を加えた量を100モル%とする。

【0055】本発明に係るフィルムを構成するポリエステルは常法により溶融重合することによって製造できるが、多価カルボン酸類と多価アルコール類とを直接反応させ得られたオリゴマーを重縮合する、いわゆる直接重合法、多価カルボン酸のメチルエステル体と多価アルコール類とをエステル交換反応させたのちに重縮合する、いわゆるエステル交換法などが挙げられ、任意の製造法を適用することができる。また、その他の重合方法によって得られるポリエステルであってもよい。なお、ラクトン類由来のユニットの導入は、例えば、上記の重縮合前にラクトン類を添加して重縮合を行う方法や、上記の重縮合により得られたポリマーとラクトン類を共重合す



る方法などにより達成できる。ポリエステル重合度は、極限粘度にして0.3～1.3 dl/gのものが好ましい。

【0056】ポリエステルには、着色やゲル発生などの不都合を起こさないようにするため、酸化アンチモン、酸化ゲルマニウム、チタン化合物などの重合触媒以外に、酢酸マグネシウム、塩化マグネシウムなどのMg塩、酢酸カルシウム、塩化カルシウムなどのCa塩、酢酸マンガン、塩化マンガンなどのMn塩、塩化亜鉛、酢酸亜鉛などのZn塩、塩化コバルト、酢酸コバルトなどのCo塩を、ポリエステルに対して、各々金属イオンとして300ppm（質量基準）以下、リン酸またはリン酸トリメチルエステル、リン酸トリエチルエステルなどのリン酸エステル誘導体を燐（P）換算で200ppm（質量基準）以下、添加してもよい。

【0057】上記金属イオンおよびリン酸並びにその誘導体の添加時期は特に限定しないが、一般的には、金属イオン類は原料仕込み時、すなわちエステル交換前またはエステル化前に、リン酸類は重縮合反応前に添加するのが好ましい。

【0058】また、必要に応じて、シリカ、二酸化チタン、カオリン、炭酸カルシウムなどの微粒子をフィルム原料に添加してもよく、さらに酸化防止剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤、着色剤、抗菌剤などを添加することもできる。

【0059】次に、本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得るための好ましい製造方法について説明する。

【0060】本発明のフィルムロールを製造するに当たっては、[I] フィルム組成の変動を抑制すること、[II] フィルムの延伸前の予備加熱条件を制御すること、および[III] フィルムの延伸工程においてフィルム表面の温度変動を抑制すること、が重要となる。このような製造方法を採用することで、フィルムのヘーズを上記範囲内にすると共に、ヘーズの変動を上記範囲内に制御することが可能となる。また、上述の他の物性を確保することもできる。

【0061】[フィルム組成の変動抑制] 一般に熱収縮性ポリエステル系フィルムは、上記の通り、熱収縮特性と強度などを両立させる観点から、2種以上の種類・組成の異なるポリマーをブレンドしたり、共重合モノマー成分を複数にするなどして、主たる構成ユニット以外に他の構成ユニットを原料ポリマー中に導入して、得られるフィルムの特性を変化させる手法が採用されている。ここで、他の構成ユニットをフィルム中に含有させる手法としては、共重合を行ってこの共重合ポリマーを単独使用する方式と、異なる種類のホモポリマーあるいは共重合ポリマーをブレンドする方式とがある。

【0062】共重合ポリマーを単独使用する方式では、フィルムロールに巻回された長尺フィルムにおいて、組

成の変動はほとんど起こらない。

【0063】一方、ブレンド方式では、ブレンド比率を変更するだけでフィルムの物性を容易に変更でき、多品種のフィルムの工業生産にも対応できるため、工業的には広く行われている。そして、このようなポリマーブレンドの場合に、1本のロールに巻回されるフィルムの組成変動や物性変動が大きくなり易いことが見出されている。よって、ブレンド方式の場合には、下記の手法を用いることが好ましい。

- 10 【0064】(a) チップ形状の均一化  
ブレンド方式では、通常、組成の異なる複数の原料ポリエステルチップをホッパ内でブレンドした後、溶融混練して押出機から押出して、フィルム化する。例えば、原料となるポリエステルが3種類ある場合、3個のホッパに夫々のポリエステルチップを連続式あるいは間欠式に供給し、必要に応じて緩衝ホッパを介して、最終的には、押出機直前あるいは直上のホッパ（便宜上「最終ホッパ」という）で3種類のポリエステルチップを混ぜながら、押出機の押出量に合わせて原料チップを定量的に押出機に供給してフィルムを形成する。

20 【0065】ところが、最終ホッパの容量あるいは形状によっては、最終ホッパ内のチップ量が多い場合と残量が少なくなった場合に、最終ホッパから押出機へと供給されるチップの組成が異なってくるという原料偏析の現象が発生していることが本発明者等によって見出された。この問題は、各種ポリエステルチップの形状あるいは比重が異なっている場合、特に、顕著に現れる。その結果、長尺フィルムの副次的構成ユニットの含有率変動してしまうのである。

- 30 【0066】副次的構成ユニットの含有率の変動の少ないフィルムを得るためには、フィルムを構成するポリエステルの組成変動を低減する手段として、使用する複数種のポリエステルチップの形状を合わせて、最終ホッパ内での原料偏析の現象を抑止することが好ましい。

【0067】ポリエステルの原料チップは、通常、重合後に溶融状態で重合装置よりストランド状で取り出され、直ちに水冷された後、ストランドカッターでカットされて形成される。このため、ポリエステルのチップは、通常、断面が楕円形の楕円柱状となる。このとき、使用量の最も多いポリエステルチップに混合される他のポリエステルチップとして、使用量の最も多いポリエステルの原料チップの断面楕円の平均長径（mm）、平均短径（mm）および平均チップ長さ（mm）に対して、夫々±20%以内の範囲であるものを用いれば、上記原料偏析を低減させ得ることを突き止めた。これらの平均値が夫々±15%以内の範囲のものを用いることがより好ましい。

- 50 【0068】チップの大きさに違いがある場合、最終ホッパ内をチップの混合物が落下していくときに、小さいチップは先に落下し易い。このため、最終ホッパ内のチ

チップ残量が少なくなると、大きいチップの比率が多くなり、これが原料偏析の原因になるのである。しかし、上記範囲内のチップを用いることで、これらの原料偏析を低減させることができ、組成の均一な長尺フィルムを得ることができる。

【0069】なお、異なる組成のホモポリエステル同士、あるいはホモポリエステルと共重合ポリエステルをブレンドして用いても、例えば、相溶性が悪いことに起因するフィルムの白化などの問題は起こらない。これは、後述する押出機内での溶融混練工程で、原料ポリエ

【0070】(b) ホッパ形状の適正化

上述の最終ホッパ形状の適正化も、組成が均一な長尺フィルムを得るための好ましい手段である。すなわち、最終ホッパとして漏斗状ホッパを用い、その傾斜角を65°以上にする

【0071】(c) ホッパ容量の適正化

ホッパ内での原料偏析を低減する手段として、使用するホッパの容量を適正化することも好ましい手段である。ここで、ホッパの適正な容量としては、押出機の1時間当たりの吐出量の15～120質量%の範囲内である。この吐出量の15質量%程度以上の容量がホッパにないと、原料の安定供給が難しいこと、また、大きすぎるホッパでは、原料チップ混合物が長時間に亘ってホッパ内に留まることとなり、その間にチップの偏析が生じる恐れがあること、などがホッパ容量を上記範囲内とする理由である。ホッパ容量は、押出機の1時間当たりの吐出量の20～100質量%の範囲内であることがより好ましい。

【0072】(d) 微粉体の低減

使用する原料チップの削れなどにより発生する微粉体の比率を低減することも、副次的構成ユニットの含有率の変動を抑制するために好ましい手段である。微粉体が原料偏析の発生を助長するので、工程内で発生する微粉体を除去して、ホッパ内に含まれる微粉体の比率を低減することが好ましい。含まれる微粉体の比率は、原料チップが押出機に入るまでの全工程を通じて、1質量%以内

に制御することが好ましく、0.5質量%以内に制御することがさらに好ましい。具体的には、ストランドカッターでチップ形成時に篩を通す方法、原料チップを空送などする場合にサイクロン式エアフィルタを通す方法などにより、微粉体を除去すればよい。

【0073】長尺フィルムの組成の均一化を図るためには、上記(a)～(d)のいずれかを採用すればよい。これらの4つの手段のうち、2つ以上を採用することがより好ましく、(a)～(d)のすべてを採用することがさらに好ましい。

【0074】〔延伸前の予備加熱条件の制御〕本発明に係る熱収縮性ポリエステル系フィルムは、原料ポリエステルを溶融押出してフィルム形状とし、これを延伸することで製造される(後述する)が、フィルムの厚み分布を均一化させることに着目すれば、テンターなどを用いて横方向に延伸する際、延伸工程に先立って予備加熱を行うことが好ましい。ただし、この予備加熱工程の際に、フィルムへの熱伝達が不十分で、フィルム内部が延伸に適した温度に達していないと、後述する延伸工程においてフィルム内部にマイクロボイドが生じて、フィルムが失透する。

【0075】テンターなどの通常の延伸装置を用いてフィルムを予備加熱する場合、加熱のための熱風の風速と温度を制御することで、フィルム内部を延伸に適した温度とすることができる。具体的には、熱風の吹き出し速度を12m/秒以上、好ましくは13m/秒以上とし、且つ、熱風の温度T1(℃)と予備加熱前のフィルムの表面温度T2(℃)との差(T1-T2)を、40℃以上90℃以下、好ましくは45℃以上85℃以下とする条件で、フィルム上面および下面に熱風を当て、フィルム表面温度がTg+0℃～Tg+60℃の範囲内の温度になるまで加熱すればよい。なお、通常の装置では、上記熱風は、フィルム面に垂直に当てるのが普通であるが、フィルム面に対し、斜めに当てても差し支えない。

【0076】上記の予備加熱条件を採用することで、延伸工程でのマイクロボイドの発生を抑制することができ、フィルムのヘーズおよびその変動を、上述した所定範囲内に制御することができる。

【0077】上記予備加熱工程において、熱風の吹き出し速度や、「T1-T2」が上記範囲を下回る場合、フィルムへの熱伝達が不十分で、フィルム内部の温度を延伸に適した温度にまですることができない場合がある。他方、「T1-T2」が上記範囲を超える場合は、フィルムの表面温度が上昇しすぎ、却って、フィルムの物性低下や厚み斑を引き起こす場合がある。

【0078】また、熱風の吹き出し速度が大きすぎると、フィルムの厚み斑が生じ易くなるため、熱風の風速は16m/秒以下とすることが望ましい。

【0079】なお、熱風の吹き出し速度や温度は、通常の延伸装置であれば制御できるので、装置に備え付けの

制御システムで調整すればよい。また、フィルムの表面温度は、例えば、赤外式の非接触表面温度計などを用いてフィルムの走行方向に連続的に測定することができる。

【0080】〔延伸工程におけるフィルム表面温度の均一化〕長尺フィルムの物性を変動させる要因には、フィルムを延伸する際の工程変動も挙げられる。すなわち、長尺フィルムの物性の変動を低減するには、フィルムを延伸する工程での温度変動を抑制して、フィルムの表面温度の変動幅をできるだけ低減することが好ましい。

【0081】ポリエステル系フィルムの場合、テンターを用いて横方向に一軸延伸する際には、延伸前の予備加熱工程、延伸工程、延伸後の熱処理工程、緩和処理、再延伸処理工程などがある。特に、予備加熱工程、延伸工程の各段階および延伸後の熱処理工程において、任意ポイントにおいて測定されるフィルムの表面温度の変動幅が、平均温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内であることが好ましく、平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 以内であればさらに好ましい。

【0082】特に予備加熱工程、延伸工程、および延伸後の熱処理工程での温度変動は、熱収縮率の変動に大きく影響を及ぼす。従って、これらの工程でのフィルムの表面温度の変動幅が小さいと、フィルム全長に亘って同一温度で延伸や熱処理されることになって、フィルムの透明性や熱収縮挙動などが均一化する。勿論、緩和処理や再延伸処理工程においても、フィルムの表面温度の変動幅が小さいことが好ましい。

【0083】フィルム表面温度の変動を小さくするには、例えば、フィルムを加熱する熱風の風速を制御できるようにインバーターを取り付けた風速変動抑制設備を用いたり、熱源に $500\text{ kPa}$ 以下( $5\text{ kgf}/\text{cm}^2$ 以下)の低圧蒸気を使用して、熱風の温度変動を抑制できる設備などを用いるとよい。

【0084】任意ポイントにおいて測定されるフィルムの表面温度の変動幅とは、例えば、延伸工程に入ってから $2\text{ m}$ 経過したところで、フィルム製造中、連続的にフィルム表面温度を、例えば赤外式の非接触表面温度計で測定した場合の変動幅をいう。1ロール分のフィルム製造が終了した時点で、平均温度が算出できるので、フィルム表面温度の変動幅が、平均温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以内であれば、フィルムの定常領域の全長に亘って同条件で延伸されていることとなり、透明性や熱収縮挙動などの変動も小さくなる。

【0085】次に具体的なポリエステル系フィルムの製造例を説明する。

【0086】〔ポリエステル系フィルムの製造例〕上記手段(a)を満足する大きさに制御した原料ポリエステルチップを、ホップドライヤー、パドルドライヤーなどの乾燥機、または真空乾燥機を用いて乾燥し、押出機を用いて $200\sim 300^{\circ}\text{C}$ の温度でフィルム状に押出す。あるいは、未乾燥のポリエステル原料チップをベント式

押出機内で水分を除去しながら同様にフィルム状に押出す。押出しに際してはTダイ法、チューブラ法など、既存のどの方法を採用しても構わない。上記押出し後は、キャストイングロールで冷却(急冷)して未延伸フィルムを得る。なお、この「未延伸フィルム」には、フィルム送りのために必要な張力が作用したフィルムも含まれるものとする。

【0087】次いで、上記未延伸フィルムに対して延伸処理を行う。最大収縮方向がフィルム横(幅)方向であることが、生産効率上、実用的であるので、ここでも、最大収縮方向を横方向とする場合の延伸法の例を示す。なお、最大収縮方向をフィルム縦(長手)方向とする場合も、下記方法における延伸方向を $90^{\circ}$ 変えるなど、通常の操作に準じて延伸することができる。

【0088】延伸工程前の予備加熱工程では、加熱用の熱風の吹き出し速度や温度を、上述のように制御する。

【0089】横方向の延伸は、 $T_g - 20^{\circ}\text{C} \sim T_g + 40^{\circ}\text{C}$ の範囲内の所定温度で、 $2.3 \sim 7.3$ 倍、好ましくは $2.5 \sim 6.0$ 倍に延伸する。その後、 $60^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ の範囲内の所定温度で、 $0 \sim 15\%$ の伸張あるいは $0 \sim 15\%$ の緩和をさせながら熱処理し、必要に応じて $40^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$ の範囲内の所定温度でさらに熱処理をして、熱収縮性ポリエステル系フィルムを得る。この横延伸工程においては、上述のように、フィルム表面温度の変動を小さくできる設備を使用することが推奨される。

【0090】延伸の方法としては、テンターでの横1軸延伸ばかりでなく、縦方向に $1.0$ 倍 $\sim 4.0$ 倍、好ましくは $1.1$ 倍 $\sim 2.0$ 倍の延伸を施してもよい。このように2軸延伸を行う場合は、逐次2軸延伸、同時2軸延伸のいずれでもよく、必要に応じて、再延伸を行ってもよい。また、逐次2軸延伸においては、延伸の順序として、縦横、横縦、縦横縦、横縦横などのいずれの方式でもよい。これらの縦延伸工程あるいは2軸延伸工程を採用する場合においても、横延伸と同様に、予備加熱工程、延伸工程等において、フィルム表面温度の変動をできるだけ小さくすることが好ましい。

【0091】延伸に伴うフィルムの内部発熱を抑制し、幅方向のフィルム温度斑を小さくする点に着目すれば、延伸工程の熱伝達係数は、 $0.00377\text{ J}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot ^{\circ}\text{C}$ ( $0.0009$ カロリー $/\text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot ^{\circ}\text{C}$ )以上とすることが好ましい。 $0.00544 \sim 0.00837\text{ J}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot ^{\circ}\text{C}$ ( $0.0013 \sim 0.0020$ カロリー $/\text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot ^{\circ}\text{C}$ )がより好ましい。

【0092】〔その他〕本発明における熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、幅 $0.2\text{ m}$ 以上の熱収縮性フィルムを巻き取りコア(芯)に長さ $300\text{ m}$ 以上巻取ったものであることが好ましい。幅が $0.2\text{ m}$ に満たないフィルムのロールは、工業的に利用価値の低いもので

10

20

30

40

50

あり、また、長さ300mに満たないフィルムロールは、フィルムの巻長が少ないために、フィルムの全長に亘るヘーズ変動が小さくなるので、本発明の効果が発現し難くなる。フィルムロールの幅は0.3m以上がより好ましく、0.4m以上がさらに好ましい。また、ロールに巻回されるフィルムの長さは400m以上がより好ましく、500m以上がさらに好ましい。

【0093】フィルムロールの幅および巻長の上限は特に制限されるものではないが、取扱いのし易さから、一般的には幅1.5m以下、巻長はフィルム厚み45μmの場合に6000m以下が好ましい。また、巻き取りコアとしては、通常、3インチ、6インチ、8インチなどのプラスチックコア、金属製コア、あるいは紙管を使用することができる。

【0094】本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを構成するフィルムの厚みは特に限定するものではないが、例えばラベル用熱収縮性ポリエステル系フィルムとしては、10～200μmが好ましく、20～100μmがさらに好ましい。

【0095】

【実施例】以下、実施例によって本発明をさらに詳述するが、下記実施例は本発明を制限するものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で変更実施する場合は、本発明に含まれる。なお、合成例で得られたチップ、および実施例や比較例で得られたフィルムの物性の測定方法は、以下の通りである。

【0096】(1) 定常領域の確認と試料切り出し部の設定

後述する実施例および比較例で得られた長さ1000mのフィルムが巻回されたフィルムロールについて、フィルムの第2端部(巻き終り部)から20m間隔で5点試料を切り出し、フィルムの第1端部(巻き始め部)から200m内側の部分から前記第1端部に向けて20m間隔で5点の試料を切り出し、これらの試料の最大収縮方向の熱収縮率(後述する)を測定した。各試料の熱収縮率は、20%以内の幅に収まっていた。しかもフィルムの製造中、製造・延伸工程は安定していた。従って各フィルムロールは、フィルムの全長に亘って定常領域に該当していることが確認された。

【0097】また、各物性測定においては、1番目の試料切り出し部をフィルムの第2端部(巻き終わりから0m)とし、最終の試料切り出し部は、フィルムの第1端部(巻き始めから0m)とし、全部で11箇所の試料切り出し部から試料を採取した。各物性測定においては、特に断らない限り、各試料切り出し部から10個の試料(試験片)を切り出し、各試料切り出し部における10個の試料(試験片)の物性の平均値を、その切り出し部における試料の物性値とした。

【0098】(2) 組成

各試料(チップまたはフィルム)を、クロロホルムD

(ユーリソップ社製)とトリフルオロ酢酸D1(ユーリソップ社製)を10:1(体積比)で混合した溶媒に溶解させて、試料溶液を調製し、NMR(「GEMINI-200」;Varian社製)を用いて、温度23℃、積算回数64回の測定条件で試料溶液のプロトンのNMRを測定する。NMR測定では、プロトンのピーク強度に基づいて、チップおよびフィルムを構成する成分の構成比率を算出する。

【0099】フィルム組成については、実施例1および比較例10において、1,4-シクロヘキサジメタノール成分含有率を測定することとし、結果を表9に示す。表9において、平均値(R)は測定した11試料の全ての1,4-シクロヘキサジメタノール成分含有率(モル%)の平均値を、最大値(Smax)は11試料のうちの1,4-シクロヘキサジメタノール成分含有率の最大値を、最小値(Smin)は11試料のうち最小の1,4-シクロヘキサジメタノール成分含有率を夫々示し、平均値との差も示す。なお、実施例1および比較例10では、後述するように、多価カルボン酸類にテレフタル酸のみを用いているため、上述の最多副次的構成ユニットに当たる「テレフタル酸と1,4-シクロヘキサジメタノールから形成されるユニット」含有率は、多価アルコール成分100モル%中の1,4-シクロヘキサジメタノール成分含有率と同じとなる。

【0100】(3) 極限粘度

原料チップ0.1gを精秤し、25mlのフェノール/テトラクロロエタン=3/2(質量比)の混合溶媒に溶解した後、オストワルド粘度計で30±0.1℃で測定する。極限粘度 $[\eta]$ は、下式(Huggins式)によって求められる。

【0101】

【数1】

$$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} \frac{\eta_{sp}}{C}$$

$$\frac{\eta_{sp}}{C} = [\eta] + k[\eta]^2 C$$

$$\eta_{sp} = \frac{t - t_0}{t_0}$$

【0102】ここで、 $\eta_{sp}$  : 比粘度、 $t_0$  : オストワルド粘度計を用いた溶媒の落下時間、 $t$  : オストワルド粘度計を用いたフィルム溶液の落下時間、 $C$  : フィルム溶液の濃度である。

【0103】なお、実際の測定では、Huggins式において $k=0.375$ とした下記近似式で極限粘度を算出する。

【0104】

【数2】

$$\eta_r = \eta_{sp} + 1 = \frac{t}{t_0} \quad (21)$$

$$|\eta| = \frac{1}{1.6} \left\{ (\eta_r - 1) + 3 \times \ln \eta_r \right\}$$

【0105】ここで、 $\eta_r$ ：相対粘度である。

【0106】(4) 熱収縮率

フィルムを走行方向およびその直交方向に沿うように 10 cm × 10 cm の正方形に裁断し、85℃ ± 0.5℃ の温水中に、無荷重状態で 10 秒間浸漬して熱収縮させた後、直ちに 25℃ ± 0.5℃ の水中に 10 秒浸漬し、その後試料の縦および横方向の長さを測定し、下記式に従って求めた値である。

熱収縮率 (%) = 100 × (収縮前の長さ - 収縮後の長さ) ÷ (収縮前の長さ)

最も収縮率の大きい方向を最大収縮方向とする。結果を表 7 に示す。

【0107】なお、実施例 1, 7, 8、および比較例 8 ~ 11 については、11 箇所の試料切り出し部での熱収縮率の変動も、表 7 に併記する。すなわち、表 7 において、平均値 (T) は測定した 11 試料の全ての熱収縮率 (%) の平均値を、最大値 (Umax) は 11 試料のうちの熱収縮率の最大値を、最小値 (Umin) は 11 試料のうち最小の熱収縮率を夫々示し、平均値との差も示す。

【0108】(5) フィルムのヘーズ

上記フィルム組成測定における各試料切り出し部から、フィルムの走行方向およびその直交方向に沿うように 50 mm × 50 mm の正方形の試料を各 3 個採取し、日本電飾工業株式会社製ヘーズ測定器「NDH-1001DP」を用い、JIS K 7136 に準じて測定する。結果を表 6 に示す。

【0109】表 6 において、平均値 (X) は測定した 11 試料の全てのヘーズ (%) の平均値を、最大値 (Ymax) は 11 試料のうちのヘーズの最大値を、最小値 (Ymin) は 11 試料のうち最小のヘーズを夫々示し、平均値との差も示す。

【0110】(6) 最大熱収縮応力値

最大収縮方向の長さが 200 mm で、幅が 20 mm の試験片を作製し、予め 90℃ に加熱しておいた熱風式加熱炉付き引張試験機 (東洋精機株式会社製「テンシロン」) の送風を止め、試験片をチャック間距離 100 mm として取り付けた後、速やかに加熱炉の扉を閉め、送風 (温度 90℃、吹き出し速度 5 m/秒の熱風を、奥、左および右の三方向から供給) を開始した時に検出される収縮応力を測定し、測定チャートから得られる最大値を最大熱収縮応力値 (MPa) とする。

【0111】なお、最大熱収縮応力値は、実施例 3, 4 および比較例 4, 5, 10, 11 について測定すること

とし、結果を表 8 に示す。表 8 において、平均値 (V) は測定した 11 試料の全ての最大熱収縮応力値の平均値を、最大値 (Wmax) は 11 試料のうちの最大熱収縮応力値の最大値を、最小値 (Wmin) は 11 試料のうち最小の最大熱収縮応力値を夫々示し、平均値との差も示す。

【0112】(7) 収縮仕上り性不良率 A

紙管に巻いた熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを、温度 30℃ ± 1℃、85 RH% ± 2% に制御した環境下で 250 時間保管し、これに東洋インキ製造社製の草色、金色、白色のインキで 3 色印刷した後、フィルムをスリットし、続いて、センターシールマシンを用いて、1, 3-ジオキソラン/アセトン = 80/20 (質量比) の混合溶剤で溶剤接着してチューブを作り、二つ折り状態で巻き取る。このチューブロールを、温度 23℃ ± 1℃、湿度 65 RH% ± 3% の雰囲気下で 24 時間保管した後、全量裁断して熱収縮性ポリエステル系フィルムラベルを作成する。フジ・アステック社製のスチームトンネル (型式: SH-1500-L) を使用し、500 mL の PET ボトル (吉野工業所製、高さ: 20.6 cm、中央部の最大外径: 6.5 cm) に熱収縮性ポリエステル系フィルムラベルを装着して、トンネル通過時間 5 秒、ゾーン温度 90℃ の条件で、作製したラベル全量を通過させ、収縮仕上り性を目視で判定する。なお、収縮仕上り性は、5 段階評価で行い、5: 仕上り性最良、4: 仕上り性良、3: 欠点少し有り (2ヶ所以内)、2: 欠点有り (3~5ヶ所)、1: 欠点多い (6ヶ所以上) として、4 以上を合格レベル、3 以下のものを不良とする。ここで欠点とは、色斑である。下式、収縮仕上り不良率 = 100 × 不良ラベル数 ÷ 全ラベル数に従って、収縮仕上り性の不良率 (%) を求める。結果を表 10 に示す。

【0113】(8) 収縮仕上り性不良率 B

上記 (7) で作製した熱収縮性ポリエステル系フィルムラベルの一部を 0.9 L 角形ペットボトルに装着して、フジ・アステック社製のスチームトンネル (型式: SH-1500-L) に、トンネル通過時間 10 秒、1 ゾーン温度 / 2 ゾーン温度 = 80℃ / 90℃ の条件で作製したラベル全量を通過させ、収縮仕上り性を目視で判定する。収縮仕上り性は 5 段階評価で行い、5: 仕上り性最良、4: 仕上り性良、3: 欠点少し有り (2ヶ所以内)、2: 欠点有り (3~5ヶ所)、1: 欠点多い (6ヶ所以上)、として、4 以上を合格レベル、3 以下のものを不良とし、(7) に記載の式に従って収縮仕上り不良率 (%) を求める。ここで欠点とは、シワ、ラベル端部折れ込み、色斑、収縮不足である。なお、この収縮仕上り性不良率 B は、後述の実施例 1、比較例 10、比較例 11 についてのみ評価することとする。結果を表 10 に示す。

【0114】合成例 1

攪拌機、温度計および部分還流式冷却器を備えたステンレススチール製オートクレープに、多価カルボン酸類としてジメチルテレフタレート100モル%、多価アルコール類としてエチレングリコール68モル%と1, 4-シクロヘキサンジメタノール32モル%を、多価アルコール類がモル比でメチルエステルの2. 2倍になるように仕込み、エステル交換触媒として酢酸亜鉛を0. 05モル%（多価カルボン酸類に対して）と、重縮合触媒として三酸化アンチモン0. 025モル%（多価カルボン酸類に対して）添加し、生成するメタノールを系外へ留去しながらエステル交換反応を行った。その後、280℃で26. 7Paの減圧条件の下で重縮合反応を行い、固有粘度0. 77dl/gのポリエステルAを得た。重合後に、ポリエステルを熔融状態で重合装置からストランド状で取り出し、直ちに水冷し、その後、ストランドカッターでカットして、ポリエステルチップAを得た。\*

ポリエステル チップ	チップ組成（モル%）						
	多価カルボ ン酸成分	多価アルコール成分					ε-CL ユニット
		TPA	EG	CHDM	NPG	BD	
A	100	67	32	—	—	1	—
B	100	67	32	—	—	1	—
C	100	99	—	—	—	1	—
D	100	—	—	—	100	—	—
E	59	—	—	—	59	—	41
F	100	70	—	29	—	1	—
G	100	70	—	29	—	1	—
H	100	—	—	—	100	—	—
I	100	70	—	28	—	2	—
J	100	70	—	28	—	2	—
K	100	99	—	—	—	1	—
L	100	67	—	32	—	1	—
M	100	67	—	32	—	1	—
N	100	—	—	—	100	—	—
O	100	67	32	—	—	1	—
P	100	99	—	—	—	1	—
Q	100	—	—	—	100	—	—

【0117】表1中、TPAはテレフタル酸成分を、EGはエチレングリコール成分を、CHDMは1, 4-シクロヘキサンジメタノール成分を、NPGはネオペンチルグリコール成分を、BDは1, 4-ブタンジオール成分を、DEGはジエチレングリコール成分を、ε-CLユニットはε-カプロラクトン由来のユニットを意味する。また、表1中、「多価カルボン酸成分」量は、チップ中の全多価カルボン酸成分量とε-カプロラクトン由来のユニット量の合計量100モル%中の量を、「多価アルコール成分」量は、チップ中の全多価アルコール酸成分量とε-カプロラクトン由来のユニット量の合計量100モル%中の量を意味し、「ε-CLユニット」量は、チップ中のエステルユニット量（全多価カルボン酸成分量、または全多価アルコール成分量と同じ）とε-

\*また、カット条件を変えて、少し小さいチップを作成した。これをポリエステルチップBとした。

#### 【0115】合成例2

合成例1と同様にして、表1に示す組成、表2に示すサイズおよび極限粘度のポリエステルチップC～D、F～Qを得た。また、ポリエステルチップEについては、合成例1に記載のオートクレープに、予備乾燥したポリエステルチップDとε-カプロラクTONを70/30（質量比）で仕込み、窒素ガス雰囲気中、230℃で2時間混合・反応させて合成した。なお、チップFとチップG、チップIとチップJ、チップLとチップMは夫々同じポリエステルで、チップのカット条件を変えたものである。

#### 【0116】

#### 【表1】

カプロラクTON由来のユニット量の合計量100モル%中の量を意味する。

#### 【0118】

#### 【表2】



ポリエステ ルチップ	極限粘度 (dl/g)	形状 (平均値, mm)		
		断面 長径	断面 短径	チップ 長さ
A	0.77	3.4	2.7	4.1
B	0.77	2.8	2.2	2.2
C	0.75	3.9	2.6	3.8
D	0.70	3.6	2.9	3.6
E	0.77	3.6	2.7	4.0
F	0.72	3.3	2.8	4.0
G	0.72	2.8	2.4	2.0
H	1.20	3.6	2.9	3.6
I	0.72	3.4	2.7	3.9
J	0.72	2.9	2.3	2.0
K	0.72	3.9	2.6	3.8
L	0.72	3.3	2.8	4.0
M	0.72	3.3	2.4	2.0
N	0.80	3.6	2.9	3.6
O	0.80	3.5	2.7	3.8
P	0.72	3.7	2.8	3.9
Q	1.20	3.7	2.6	3.7

## 【0119】実施例1

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップA：65質量%、チップC：15質量%およびチップD：20質量%を、押出機直上のホッパに定量スクリーフイーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸押出機で熔融押出し、その後急冷して、厚さ180μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり450kgである。また、ホッパの傾斜角は70°であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0120】表4に記載の条件で上記未延伸フィルムが73℃になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に66℃で5.0倍延伸し、その後62℃で12秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.6℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内に制御した。なお、フィルムの表面温度は、赤外式の非接触表面温度計を用いて測定した（以下の実施例、比較例でも同じ）。得られたフィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0121】すなわち、実施例1の熱収縮性ポリエステ

ル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ形状の適正化、およびホッパ容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7、表9および表10に示す。

## 【0122】実施例2

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップA：75質量%、チップC：15質量%およびチップE：10質量%を、押出機直上のホッパに定量スクリーフイーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸押出機で熔融押出し、その後急冷して、厚さ180μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり450kgである。また、ホッパの傾斜角は70°であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0123】表4に示す条件で、上記未延伸フィルムが83℃になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に73℃で5.0倍延伸し、その後60℃で10秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.5℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内に制御した。得られたフィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0124】すなわち、実施例2の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ形状の適正化、およびホッパ容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

## 【0125】実施例3



上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップF：50質量%、チップC：25質量%およびチップH：25質量%を、押出機直上のホッパに定量スクリーフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ215μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり460kgである。また、ホッパの傾斜角は75°であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0126】表4に示す条件で上記未延伸フィルムが73℃になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に66℃で5.0倍延伸し、その後65℃で10秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.5℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.5m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0127】すなわち、実施例3の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ形状の適正化、およびホッパ容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6～表8および表10に示す。

#### 【0128】実施例4

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップF：70質量%、チップC：5質量%およびチップH：25質量%を、押出機直上のホッパに定量スクリーフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ215μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり430kgである。また、ホッパの傾斜角は70°であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0129】表4に示す条件で上記未延伸フィルムが83℃になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に70℃で5.0倍延伸し、その後65℃で10秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.4℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0130】すなわち、実施例4の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ形状の適正化、およびホッパ容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6～表8および表10に示す。

#### 【0131】実施例5

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップI：56質量%、チップK：34質量%およびチップH：10質量%を、押出機直上のホッパに定量スクリーフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ225μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり460kgである。また、ホッパの傾斜角は75°であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0132】表4に示した条件で上記未延伸フィルムが73℃になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に68℃で5.0倍延伸し、その後65℃で10秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.5℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.6℃の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.5m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0133】すなわち、実施例5の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ

形状の適正化、およびホoppa容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0134】実施例6

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップI：71質量%、チップK：5質量%およびチップH：24質量%を、押出機直上のホoppaに定量スクリュフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホoppa内で混合し、 $280^{\circ}\text{C}$ で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ $225\mu\text{m}$ の未延伸フィルムを得た。ホoppaは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり430kgである。また、ホoppaの傾斜角は $70^{\circ}$ であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0135】表4で示す条件で上記未延伸フィルムが $83^{\circ}\text{C}$ になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に $70^{\circ}\text{C}$ で5.0倍延伸し、その後 $65^{\circ}\text{C}$ で10秒間熱処理して、厚さ $45\mu\text{m}$ の熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度 $\pm 0.4^{\circ}\text{C}$ 、延伸工程で平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 、熱処理工程で平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0136】すなわち、実施例6の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホoppa形状の適正化、およびホoppa容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0137】実施例7

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップL：55質量%、チップC：50

25質量%およびチップN：20質量%を、押出機直上のホoppaに定量スクリュフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホoppa内で混合し、 $280^{\circ}\text{C}$ で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ $225\mu\text{m}$ の未延伸フィルムを得た。ホoppaは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり460kgである。また、ホoppaの傾斜角は $75^{\circ}$ であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0138】表4に示す条件で上記未延伸フィルムが $73^{\circ}\text{C}$ になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に $66^{\circ}\text{C}$ で5.0倍延伸し、その後 $65^{\circ}\text{C}$ で10秒間熱処理して、厚さ $45\mu\text{m}$ の熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度 $\pm 0.4^{\circ}\text{C}$ 、延伸工程で平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 、熱処理工程で平均温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.5m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0139】すなわち、実施例7の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホoppa形状の適正化、およびホoppa容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0140】実施例8

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、表3に示すように、チップL：70質量%、チップC：5質量%およびチップN：25質量%を、押出機直上のホoppaに定量スクリュフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホoppa内で混合し、 $280^{\circ}\text{C}$ で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ $225\mu\text{m}$ の未延伸フィルムを得た。ホoppaは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間当たり430kgである。また、ホoppaの傾斜角は $70^{\circ}$ であった。また、上記フィルムの急冷は、押出機とキャストイングロールの間に電極を配設し、電極とキャストイングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0141】表4に示す条件で上記未延伸フィルムが $83^{\circ}\text{C}$ になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に

70℃で5.0倍延伸し、その後65℃で10秒間熱処理して、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度±0.5℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0142】すなわち、実施例8の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールでは、原料チップの適正化、ホッパ形状の適正化、およびホッパ容量の適正化といった手法を採用しており、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしている。また、延伸前の予備加熱条件を制御して、長尺フィルムの全長に亘ってフィルム内部までが延伸に適した温度となるようにしている。さらに、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしている。得られたフィルムロールのフィルム

#### 【0143】比較例1

延伸に先立ち、テンターでの予熱工程での風速、延伸温度を、表5に示す条件に変更した以外は、実施例1と同様にして、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0144】すなわち、比較例1の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析を抑制する手段を採用して長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしており、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしているが、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御しておらず、さらに、延伸温度も好適な範囲を下回る条件で製造した例である。得られたフィルムロールのフィルム

#### 【0145】比較例2

延伸延伸に先立ち、テンターでの予熱工程での風速、延伸温度を、表5に示す条件に変更した以外は、実施例1と同様にして、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0146】すなわち、比較例2の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしており、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フ

ィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしているが、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御せずに製造した例である。得られたフィルムロールのフィルム

#### 【0147】比較例3

上記合例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、チップBとチップCを65/15（質量比）の割合で混合し、原料チップが400kg入り、傾斜角が60°である同一形状のホッパを5個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れた。5個目の最終ホッパへ、この混合チップが80質量%、チップDが20質量%となるように定量フィーダーで別々に供給して最終ホッパ内で混合した。後は、実施例1と同様にして、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0148】すなわち、比較例3の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている例である。得られたフィルムロールのフィルム

#### 【0149】比較例4

上記合例で得られたチップG：50質量%、チップC：25質量%、チップH：25質量%を混合した後乾燥し、原料チップが400kg入り、傾斜角が60°である同一形状のホッパを3個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れ、2個目、3個目（最終ホッパ）の各ホッパへと移動させたこと、およびテンターでの予備加熱および延伸を表5に示す条件としたこと以外は、実施例3と同様にして、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0150】すなわち、比較例4の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている例である。得られたフィルムロールのフィルム

#### 【0151】比較例5

上記合例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、チップGとチップCを50/25（質量比）の割合で混合し、原料チップが400kg入り、傾斜角が60°である同一形状のホッパを5個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れた。5個目の最終ホッパへ、この混合チップが75質量%、チップHが25質量%となるように定量フィーダーで別々に供給して最終ホッパ内で混合した。その後は実施例3と同様にして未延伸フィルムを得、テンターでの予備加熱および延伸を表5に示す条件とした他は実験例3と同様に延伸・熱処理・スリ

ットして、厚さ45 $\mu$ mの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、延伸工程で平均温度 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 、熱処理工程で平均温度 $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内であった。

【0152】すなわち、比較例5の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている。また、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御しておらず、さらにフィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内に制御せずに製造した例である。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6～表8および表10に示す。

#### 【0153】比較例6

上記合成例で得られたチップJ：56質量%、チップK：34質量%、チップH：10質量%を混合した後乾燥し、原料チップが400kg入り、傾斜角が $60^{\circ}$ である同一形状のホッパを3個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れ、2個目、3個目（最終ホッパ）の各ホッパへと移動させたこと以外は、実施例5と同様にして、厚さ45 $\mu$ mの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0154】すなわち、比較例6の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている例である。得られたフィルムロールのフィルムの物性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0155】比較例7

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、チップJとチップKを56/34（質量比）の割合で混合し、原料チップが400kg入り、傾斜角が $60^{\circ}$ である同一形状のホッパを5個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れた。5個目の最終ホッパへ、この混合チップが90質量%、チップHが10質量%となるように定量フィーダーで別々に供給して最終ホッパ内で混合した。その後は実施例5と同様にして未延伸フィルムを得、テンターでの予備加熱および延伸を表5に示す条件とした他は実施例5と同様に延伸・熱処理・スリットして、厚さ45 $\mu$ mの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回された熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度 $\pm 1.5^{\circ}\text{C}$ 、延伸工程で平均温度 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 、熱処理工程で平均温度 $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内であった。

【0156】すなわち、比較例7の熱収縮性ポリエス

ル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている。また、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御しておらず、さらにフィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度 $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内に制御せずに製造した例である。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0157】比較例8

上記合成例で得られたチップM：50質量%、チップC：25質量%、チップN：25質量%を事前に混合し、その後予備乾燥した。原料チップが400kg入り、ホッパの傾斜角が $60^{\circ}$ である同一の形状のホッパを3個直列に並べて一番上流のホッパにチップ混合物を入れ、2個目、3個目（最終ホッパ）へと移動させた以外は、実施例7と同様にして、厚さ45 $\mu$ mの熱収縮性ポリエステル系フィルムが1000m巻回されフィルムロールを得た。

【0158】すなわち、比較例8の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている例である。得られたフィルムロールのフィルムの物性値を表6、表7および表10に示す。

#### 【0159】比較例9

上記合成例で得られたチップを夫々別個に予備乾燥し、チップMとチップCを55/25（質量比）の割合で混合し、原料チップが400kg入り、傾斜角が $60^{\circ}$ である同一形状のホッパを5個直列に並べ、一番上流のホッパにこの混合物を入れた。5個目の最終ホッパへ、この混合チップが80質量%、チップNが20質量%となるように定量フィーダーで別々に供給して最終ホッパ内で混合し、280 $^{\circ}\text{C}$ で単軸押出機で溶融押出し、その後急冷して、厚さ225 $\mu$ mの未延伸フィルムを得た。上記フィルムの急冷は、押出機とキャスティングロールの間に電極を配設し、電極とキャスティングロールとの間に電圧を印加して、静電的にフィルムをロールに密着させることにより行った。

【0160】表5に示す条件で上記未延伸フィルムが83 $^{\circ}\text{C}$ になるまで予熱した後、テンターを用いて横方向に66 $^{\circ}\text{C}$ で5.0倍延伸し、その後65 $^{\circ}\text{C}$ で10秒間熱処理して、厚さ45 $\mu$ mの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを1000m連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、予熱工程で平均温度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 、延伸工程で平均温度 $\pm 2.5^{\circ}\text{C}$ 、熱処理工程で平均温度 $\pm 2.0^{\circ}\text{C}$ の範囲内であった。得られたフィルムを幅0.5m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0161】すなわち、比較例9の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析の発生を抑制する手法を積極的に採用しておらず、長尺フィルムの全長に亘って組成の変動が大きくなっている。また、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御しておらず、さらにフィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅が、平均温度±1.0℃の範囲内に制御せずに製造した例である。得られたフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7および表10に示す。

【0162】比較例10および11

上記合成例で得られた各チップを別個に予備乾燥し、表3に示したように、チップOを75質量%、チップPを10質量%および15質量%のチップQを、押出機直上のホッパに定量スクリュフィーダーで連続的に別々に供給しながら、このホッパ内で混合し、280℃で単軸式押出機で熔融押出しし、その後急冷して、厚さ180μmの未延伸フィルムを得た。ホッパは、原料チップが100kg入る容量を有しており、押出機の吐出量は、1時間あたり450kgである。また、ホッパの傾斜角は70°であった。

【0163】上記未延伸フィルムを長さ方向に2等分し、2本の未延伸フィルムロールを得た。各未延伸フィルムについて、表5に示す条件で10秒間予熱した後、テンターで横方向に82℃で4.0倍延伸し、続いて80℃で10秒間熱処理を行って、厚さ45μmの熱収縮性ポリエステル系フィルムを1000m以上に亘って連続的に製膜した。フィルムを連続製造したときのフィルム表面温度の変動幅は、比較例10では、予熱工程で\*

\* 均温度±1.0℃、延伸工程で平均温度±2.5℃、熱処理工程で平均温度±2.0℃の範囲内であった。また、比較例11では、予熱工程で平均温度±0.6℃、延伸工程で平均温度±0.5℃、熱処理工程で平均温度±0.5℃の範囲内に制御した。得られた各フィルムを幅0.4m、長さ1000mにスリットして、3インチ紙管に巻き取り、熱収縮性ポリエステル系フィルムロールを得た。

【0164】すなわち、比較例10の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析を抑制する手段を採用して長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしているが、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御しておらず、さらに延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御せずに製造した例である。また、比較例11の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、原料偏析を抑制する手段を採用して長尺フィルムの全長に亘って組成の変動を小さくしており、フィルム延伸の際に、予熱、延伸、熱処理の各工程で、該フィルムの表面温度の変動幅を、平均温度±1.0℃の範囲内に制御して、フィルムの全長に亘って各物性の変動を小さくしているが、延伸前の予備加熱条件が不適であり、フィルム内部が延伸に適した温度となるように制御せずに製造した例である。これらのフィルムロールのフィルムの特性値を表6、表7、表9（比較例10のみ）および表10に示す。

【0165】

【表3】

ポリエステルチップ	実施例								比較例										
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
A	65	75	—	—	—	—	—	—	65	65	—	—	—	—	—	—	—	—	—
B	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	65	—	—	—	—	—	—	—	—
C	15	15	25	5	—	—	25	5	15	15	15	25	25	—	—	25	25	—	—
D	20	—	—	—	—	—	—	—	20	20	20	—	—	—	—	—	—	—	—
E	—	10	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
F	—	—	50	70	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
G	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	50	50	—	—	—	—	—	—
H	—	—	25	25	10	24	—	—	—	—	—	25	25	10	10	—	—	—	—
I	—	—	—	—	56	71	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
J	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	56	56	—	—	—	—
K	—	—	—	—	34	5	—	—	—	—	—	—	—	34	34	—	—	—	—
L	—	—	—	—	—	—	55	70	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
M	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	50	55	—	—
N	—	—	—	—	—	—	20	25	—	—	—	—	—	—	—	25	20	—	—
O	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	75	75
P	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	10	10
Q	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	15	15

【0166】

【表4】

延伸条件	実施例							
	1	2	3	4	5	6	7	8
予熱時の熱風吹き出し速度 (m/秒)	14	14	14	14	14	14	14	14
予熱時の熱風温度T1 (°C)	73	83	73	83	73	83	73	83
予熱前のフィルム温度T2 (°C)	30	30	30	30	30	30	30	30
T1-T2 (°C)	43	53	43	53	43	53	43	53
延伸倍率	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
延伸温度 (°C)	66	73	66	70	68	70	66	70

【0167】

\* \* 【表5】

延伸条件	比較例										
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
予熱時の熱風吹き出し速度 (m/秒)	11	11	14	14	11	14	11	14	11	11	11
予熱時の熱風温度T1 (°C)	73	73	73	73	73	73	73	73	83	100	100
予熱前のフィルム温度T2 (°C)	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30	30
T1-T2 (°C)	43	43	43	43	43	43	43	43	53	70	70
延伸倍率	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	4.0	4.0
延伸温度 (°C)	55	66	66	66	66	68	68	66	66	82	82

【0168】

※ ※ 【表6】

	ヘーズ (%)				
	平均値 (X)	最大値 (Ymax)	最小値 (Ymin)	Ymax-X	X-Ymin
実施例1	6.7	7.0	6.4	0.3	0.3
実施例2	7.4	7.8	7.1	0.4	0.3
実施例3	10.3	10.7	9.9	0.4	0.4
実施例4	9.6	10.0	9.3	0.4	0.3
実施例5	8.2	8.7	7.7	0.5	0.5
実施例6	8.6	9.0	8.2	0.4	0.4
実施例7	7.2	7.5	6.9	0.3	0.3
実施例8	7.5	7.9	7.2	0.4	0.3
比較例1	18.2	18.8	17.7	0.6	0.5
比較例2	9.8	10.5	9.1	0.7	0.7
比較例3	7.0	7.9	6.3	0.9	0.7
比較例4	10.5	11.0	9.9	0.5	0.6
比較例5	10.2	11.7	8.8	1.5	1.4
比較例6	8.1	8.9	7.5	0.8	0.6
比較例7	8.3	9.5	7.3	1.2	1.0
比較例8	7.3	8.0	6.8	0.7	0.5
比較例9	7.4	8.5	6.7	1.1	0.7
比較例10	9.3	10.2	8.6	0.9	0.7
比較例11	8.7	9.3	8.2	0.6	0.5

【0169】

【表7】

	熱収縮率 (%)				
	平均値 (R)	最大値 (Smax)	最小値 (Smin)	Smax-R	R-Smin
実施例1	61.5	62.6	60.6	1.1	0.9
実施例2	62.0	—	—	—	—
実施例3	63.5	—	—	—	—
実施例4	65.8	—	—	—	—
実施例5	68.8	—	—	—	—
実施例6	67.0	—	—	—	—
実施例7	64.5	65.7	63.7	1.2	0.8
実施例8	67.0	68.2	64.9	1.2	2.1
比較例1	63.3	—	—	—	—
比較例2	60.0	—	—	—	—
比較例3	62.0	—	—	—	—
比較例4	64.5	—	—	—	—
比較例5	64.0	—	—	—	—
比較例6	68.5	—	—	—	—
比較例7	68.3	—	—	—	—
比較例8	65.0	68.5	58.5	3.5	5.3
比較例9	64.7	68.7	58.2	4.0	6.5
比較例10	57.7	60.7	54.5	3.0	3.2
比較例11	57.5	58.7	56.1	1.2	1.4

【0170】

\* \* 【表8】

	最大熱収縮応力値 (MPa)				
	平均値 (V)	最大値 (Wmax)	最小値 (Wmin)	Wmax-V	V-Wmin
実施例3	7.1	7.5	6.9	0.4	0.2
実施例4	7.6	7.9	7.2	0.3	0.4
比較例4	7.3	8.1	6.8	0.8	0.5
比較例5	7.4	8.5	6.5	1.1	0.9
比較例10	8.2	8.6	7.5	0.4	0.7
比較例11	8.0	8.4	7.7	0.4	0.3

【0171】

\* \* 【表9】

	フィルム組成 (CHDM含有率 モル%)				
	平均値 (T)	最大値 (Umax)	最小値 (Umin)	Umax-T	T-Umin
実施例1	21.9	22.4	21.1	0.5	0.8
比較例10	25.3	25.9	24.8	0.6	0.5

【0172】なお、表9中、CHDMは1, 4-シクロ 40  
ヘキサンジメタノール成分を意味する。

【0173】

【表10】



	収縮仕上り性不良率 (%)	
	A	B
実施例1	0	0
実施例2	0.1	—
実施例3	0	—
実施例4	0	—
実施例5	0.1	—
実施例6	0	—
実施例7	0	—
実施例8	0	—
比較例1	82.5	—
比較例2	50.2	—
比較例3	5.1	—
比較例4	18.0	—
比較例5	26.7	—
比較例6	16.5	—
比較例7	10.2	—
比較例8	26.5	—
比較例9	16.1	—
比較例10	8.8	0.2
比較例11	6.3	0

\* 【0174】

【発明の効果】本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールは、フィルムロールに巻回された長尺のフィルムのヘーズの変動が小さいため、該フィルムからラベルや袋などを作製した場合、個々の透明性が良好であり、製品不良の発生率が極めて低い。また、本発明の熱収縮性ポリエステル系フィルムロールの製造方法は、容易に長尺フィルムの透明性の変動を小さくすることができ、工業生産上において非常に有用なものである。

10

20

\*

フロントページの続き

(31)優先権主張番号 特願2001-300423(P2001-300423)

(32)優先日 平成13年9月28日(2001. 9. 28)

(33)優先権主張国 日本(JP)

(31)優先権主張番号 特願2001-297544(P2001-297544)

(32)優先日 平成13年9月27日(2001. 9. 27)

(33)優先権主張国 日本(JP)

(72)発明者 武川 善紀

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 伊藤 勝也

滋賀県大津市堅田二丁目1番1号 東洋紡績株式会社総合研究所内

(72)発明者 米田 茂

大阪府北区堂島浜二丁目2番8号 東洋紡績株式会社本社内

(72)発明者 野瀬 克彦

大阪府北区堂島浜二丁目2番8号 東洋紡績株式会社本社内

Fターム(参考) 4F210 AA24 AE01 AG01 AH54 AR06

QA02 QC03 QD25 QD32 QG01

QG18 QL17 QW05 RA03 RC02

RG02 RG04 RG43